

(51)

Int. Cl. 2

B-22 D-23/08

B 22 F 9/00

(19) BUNDESREPUBLIK DEUTSCHLAND

DEUTSCHES



PATENTAMT

DE 26 56 330 A 1

(10)

Offenlegungsschrift 26 56 330

(21)

Aktenzeichen: P 26 56 330.4

(22)

Anmeldetag: 13. 12. 76

(43)

Offenlegungstag: 15. 6. 78

(30)

Unionspriorität:

(32) (33) (31)

(54)

Bezeichnung:

Verfahren und Vorrichtung zur Herstellung von Pulvern oder Granulaten aus Metallen und Legierungen

(71)

Anmelder:

Battelle-Institut e.V., 6000 Frankfurt

(72)

Erfinder:

Lierke, Ernst-Günter, Dipl.-Phys. Dr., 6236 Eschborn;
Ruckdeschel, E.W., Dipl.-Ing. Dr., 8000 München

DE 26 56 330 A 1

BEST AVAILABLE COPY

6.78 809 824/369

10/70

388-86/31/76

CASCH/DOJ

6. Dezember 1976

Patentansprüche

1. Verfahren zur Herstellung von Pulvern oder Granulaten aus Metallen und Legierungen, durch Erschmelzen und anschließender Zerstäubung, dadurch gekennzeichnet, daß das erschmolzene Material in einem stehenden Ultraschallfeld ohne Berührung mit dem Ultraschallsender oder -reflektor zerstäubt wird.
2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß das Metall oder die Legierung (in einem Tiegel) erschmolzen und anschließend in den Bereich des stehenden Ultraschallfeldes gefördert wird.
3. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß das Metall oder die Legierung in Draht- oder Folienform kontinuierlich in den Bereich des stehenden Ultraschallfeldes geführt und dort induktiv, durch einen Elektronenstrahl oder durch einen Laserstrahl, erschmolzen wird.

- 44 -
2

4. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß das Metall oder die Legierung in Drahtform kontinuierlich in den Bereich des stehenden Ultraschallfeldes geführt und dort in einem elektrischen Lichtbogen erschmolzen wird, wobei der abschmelzende Draht die Kathode und/oder die Anode des elektrischen Lichtbogens darstellt.
5. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet, daß der Abschmelz- und Zerstäubungsvorgang in einer Kammer mit inerter oder reduzierender Atmosphäre durchgeführt werden.
6. Vorrichtung zur Durchführung des Verfahrens nach Anspruch 4, dadurch gekennzeichnet, daß sie zum Transport der selbstverzehrenden Elektrode (6) in den Bereich des elektrischen Lichtbogens (8) Fördereinrichtungen (7) aufweist und daß senkrecht zur Elektrodenachse oder in gleicher Achse wie diese, ein Sender (1) und ein Reflektor (4) angeordnet sind.
7. Vorrichtung nach Anspruch 6, dadurch gekennzeichnet, daß zur Verstellung des Sender/Reflektor-Abstandes und Abstandes der Elektroden des elektrischen Lichtbogens Verstellungselemente (11, 12) vorgesehen sind.
8. Vorrichtung nach Anspruch 6 und 7, dadurch gekennzeichnet, daß der Sender (1) als Kathode des elektrischen Lichtbogens

ausgebildet ist und der Reflektor (4) eine in der Mitte ge-
lochte Scheibe darstellt, durch die die selbstverzehrende
Elektrode (6) kontinuierlich durchgeführt wird.

9. Vorrichtung nach Anspruch 8, dadurch gekennzeichnet, daß der
Sender (1) in der Mitte der schallabstrahlenden Fläche einen
Wolframstift (13) aufweist.

809824 / 0369

2656330

4

388-86/31/76

CASCH/DOJ

6. Dezember 1976

BATTELLE - INSTITUT E.V., Frankfurt (Main)

=====

**Verfahren und Vorrichtung
zur Herstellung von Pulvern oder Granulaten
aus Metallen und Legierungen**

=====

Die Erfindung betrifft ein Verfahren und entsprechende Vorrichtungen zur Herstellung von Pulvern oder Granulaten aus Metallen und Legierungen durch Erschmelzen und anschließende Zerstäubung.

Pulver und Granulate aus Metallen oder Legierungen haben ein breites Anwendungsgebiet als Zusatzstoffe für metallurgische Prozesse und als Ausgangsstoffe zur Herstellung von Halbzeug oder Fertigprodukten durch Kompaktieren, Sintern, Walzen, Strangpressen oder dergleichen. Es ist bekannt, daß Pulver oder Granulate aus

Metallen und Legierungen durch Zerstäubung ihrer Schmelzen mittels Düsen oder Rotationszerstäubern, z.B. Hohlzylinder, rotierende Saugheber mit Spritzdüsen, hergestellt werden können. Spezielle Ausführungsformen der Düsenzerstäubung beruhen auf dem Aufreißen eines dünnen Flüssigkeitsfilms durch einen aus einem Schlitz ausgeblasenen Luftstrom. Die Düsenvernebelung kann ferner durch Kombination mit einem akustischen Resonator nach dem Prinzip der Galtonpfeife verbessert werden. Es ist auch bekannt, daß Flüssigkeiten bzw. Schmelzen mittels instabiler Kapilarwellen von mit Schmelzen dünn beschichteten, mit Ultrahochfrequenzen schwingenden Festkörpergrenzflächen abgenebelt werden können.

Diese Verfahren haben jedoch den Nachteil, daß sie nicht ohne Wandkontakt mit den Zerstäubungseinrichtungen auskommen. Dieser Nachteil ist meist bei Metallen mit niedrigem Schmelzpunkt, z.B. Blei, oder mit geringer Aggresivität gegenüber den Materialien der Zerstäubungseinrichtungen, z.B. Kupfer oder Eisen, nicht erheblich. Eine große Anzahl von Metallen oder Legierungen lassen sich allerdings nur unter großen Schwierigkeiten oder gar nicht versprühen, da durch die hohe Temperatur und die Aggresivität ihrer Schmelzen die üblichen Düsenwerkstoffe zerstört und dabei die Schmelzen selbst verunreinigt würden. Zur Herstellung solcher Pulver und Granulate, z.B. auf der Basis von Titan, Zirkon, Vanadin, Niob, Tantal, Chrom oder Wolfram, ist daher ein Verfahren erforderlich, bei dem jeglicher Wandkontakt der Schmelzen

mit Versprühungs- bzw. Zerstäubungseinrichtungen vermieden werden kann. Dies gelang erstmals durch Abschmelzen einer selbstverzehrenden, rotierenden Elektrode in einem Vakuumlichtbogenschmelzofen (Metal Progress, April 1966, Seite 62-65). Das Abschleudern der Tröpfchen erfolgt bei diesem Verfahren durch die Zentrifugalkraft der rasch rotierenden Elektrode, wobei die Tröpfchen im freien Flug erstarren. Dieses REP-Verfahren (Rotating Electrode Process) weist jedoch eine Reihe von Nachteilen auf. Da die selbstverzehrende Elektrode mit hoher Geschwindigkeit rotieren muß, läßt sich eine kontinuierliche Zuführung der Elektrode, die für eine wirtschaftliche Fertigung erforderlich ist, nicht verwirklichen. Nach dem Abschmelzen der Elektrode muß die Apparatur jedesmal mit Luft geflutet werden, um einen Elektrodenwechsel vornehmen zu können. Anschließend muß dann wieder mit Schutzgas gespült und evakuiert werden. Es erweist sich außerdem als schwierig, sehr feine Tröpfchen mit Durchmessern unter 100 μm zu erzeugen, da am Ende der verhältnismäßig dicken Elektrode größere Tropfen entstehen, deren Durchmesser durch Oberflächenspannung und Zentrifugalkräfte bestimmt sind. Ferner bereitet die Herstellung der für dieses Verfahren erforderlichen starren Elektroden, die über den Querschnitt homogen sein müssen, bei einer Reihe von Werkstoffen Schwierigkeiten. Die Elektroden müssen gegossen, verformt oder gesintert werden. Diese Techniken sind jedoch bei manchen Legierungssystemen nicht durchführbar.

Zur Bewältigung dieser Schwierigkeiten wird vorgeschlagen, einen kontinuierlich zugeführten Draht oder ein Metallrohr in einem elektrischen Lichtbogen abzuschmelzen und die Tropfen mittels Magnetfelder oder durch rotierende Bewegung des Drahtendes abzuschleudern (Deutsche Patentanmeldung P 25 32 875.0). Nach diesem Verfahren hergestellte Metallkörnchen besitzen jedoch je nach Dicke der verwendeten Elektrode und der Lichtbogendaten, Durchmesser zwischen 0,1 und 1,6 mm. Noch feineres Metallgranulat läßt sich nach diesem Verfahren schwer erzeugen. Das Verfahren weist außerdem den Nachteil auf, daß hohe Stromdichten erforderlich sind, die leicht zur Beschädigung der Stromkontakte und der Gegenelektrode führen.

Der vorliegenden Erfindung liegt nun die Aufgabe zugrunde, die Nachteile der bekannten Verfahren zu überwinden und ein Verfahren zu entwickeln, bei dem der Wandkontakt mit den Zerstäubungseinrichtungen vermieden werden kann.

Diese Aufgabe wurde dadurch gelöst, daß das erschmelzende Material in einem stehenden Ultraschallfeld ohne Berührung mit dem Ultraschallsender oder -reflektor zerstäubt wird. Das erfindungsgemäße Verfahren beruht demnach auf der Eigenschaft stehender Ultraschallwellen, Flüssigkeitströpfchen, die sich im "Schnelleknoten" der Ultraschallwellen befinden, zu zerstäuben.

- 8 -

Nach dem erfindungsgemäßen Verfahren kann das Metall oder die Legierung getrennt erschmolzen und durch geeignete Vorrichtungen, z.B. durch eine Bodendüse eines Tiegels, in den Bereich der Ultraschallwelle gefördert werden. Das erfindungsgemäße Verfahren ermöglicht aber auch ein tiegelloses Abschmelzen des Metalls oder der Legierung, wobei diese in Draht- oder Folienform kontinuierlich in den Bereich des stehenden Ultraschallfeldes geführt und dort induktiv, durch einen Elektronenstrahl oder einen Laserstrahl erschmolzen werden. Nach einer bevorzugten Ausführungsform der vorliegenden Erfindung wird das Metall oder die Legierung in Drahtform kontinuierlich in den Bereich des stehenden Ultraschallfeldes geführt und dort in einem elektrischen Lichtbogen abgeschmolzen, wobei der abschmelzende Draht die Kathode und/oder die Anode des elektrischen Lichtbogens darstellt.

Es ist nicht wesentlich, ob sich der Zerstäubungsbereich des Ultraschallfeldes an der Stelle des Schmelzvorgangs oder davon entfernt befindet. Im letzteren Fall wird für einen Transport der Schmelze in den Schnelleknoten der Ultraschallwelle gesorgt.

Nach dem erfindungsgemäßen Verfahren kann der abschmelzende Draht eine Beschichtung aus einem anderen Material aufweisen. Dadurch tritt beim Abschmelzen eine Mischung zwischen dem Kernmaterial und der Beschichtung des Drahtes auf. Anstelle des Drahtes kann auch ein Metallröhrchen verwendet werden, das mit einem metal-

lischen Pulver anderer Zusammensetzung gefüllt ist. Mit dem erfindungsgemäßen Verfahren wird somit ermöglicht, daß nicht nur massive Drahtelektroden, sondern auch sogenannte Fülldrähte abgeschmolzen und zerstäubt werden, so daß Pulver oder Granulate aus hochschmelzenden oder spröden Legierungen auf einfache und wirtschaftliche Weise hergestellt werden können.

Die verwendeten Metallröhren besitzen im allgemeinen einen Außendurchmesser von 1,2 bis 10,0 mm. Wird das Metall oder die Legierung in Form eines Drahtes abgeschmolzen, so weist dieser ebenfalls einen Durchmesser von 1,2 bis 10,0 mm, vorzugsweise 1,6 bis 5,0 mm, auf.

Der elektrische Lichtbogen kann erfindungsgemäß sowohl mit Wechselstrom als auch mit Gleichstrom betrieben werden. In einer Variante des erfindungsgemäßen Verfahrens wird ein impulsüberlagerter Gleichstrom angewandt, der ein rhythmisches Ablösen der aufgeschmolzenen Tropfen am Ende der abschmelzenden Drahtelektroden bewirkt.

Die Gegenelektrode des Lichtbogens besteht vorzugsweise aus Kupfer und wird mit Wasser gekühlt. Aber auch der Ultraschallsender kann als wassergekühlte Gegenelektrode des elektrischen Lichtbogens ausgebildet sein.

Gemäß einer bevorzugten Ausführungsform der vorliegenden Erfindung stellen die abzuschmelzenden Drähte zwei selbstver-

zehrende Elektroden des elektrischen Lichtbogens dar. In diesem Fall kann auf eine wassergekühlte Gegenelektrode verzichtet werden.

Ein gleichmäßiges Abschmelzen dieser selbstverzehrenden Draht-elektroden lässt sich durch Anwendung von Wechselstrom und einem Transformator mit konstanter oder leichtfallender Charakteristik erzielen. Der Transformator besitzt vorzugsweise eine Kennlinienneigung von nicht größer als 10 V/100 A. Die beiden Drahtenden können dadurch mit konstanter und gleicher Geschwindigkeit in den Lichtbogenbereich gefördert werden. Die Zerstäubung mittels stehender Ultraschallwelle findet vorzugsweise zwischen den beiden Drahtenden im Lichtbogenbereich statt.

Der Abschmelzvorgang wird vorzugsweise in einer Kammer mit inerter oder reduzierender Atmosphäre mit optimal einstellbarem Gasdruck durchgeführt.

Erfindungsgemäß erfolgt die Vernebelung bzw. Zerstäubung des so erschmolzenen Metalls in einer stehenden Ultraschallwelle, deren Resonanz durch Nachregeln des Sender-Reflektor-Abstandes auch bei variabler Temperatur erhalten bleibt.

In den beigefügten Abbildungen zeigen in schematischer Vereinfachung

- 16 11

Figur 1

einen offenen Zerstäuber mit ebenem Reflektor, bei dem die Schmelze über Röhrchen in den Zerstäubungsbereich geleitet wird oder von Drähten abgeschmolzen wird.

Figur 2

eine Anordnung, bei der die Ultraschallwelle senkrecht zu der Achse des elektrischen Lichtbogens erzeugt wird

Figur 3

eine Anordnung, bei der die Ultraschallwelle in der gleichen Achse wie der elektrische Lichtbogen erzeugt wird

Figur 4

eine Anordnung, bei der zwei abzuschmelzende Drähte die selbstverzehrenden Elektroden des elektrischen Lichtbogens darstellen.

Figur 1 zeigt eine Ausführungsform der erfindungsgemäßen Vernebelungsvorrichtung, die aus einem piezoelektrisch oder magnetostriktiv erregten Ultraschall-Koppelschwinger 1 mit Amplitudentransformator 2, wie er nach dem Stand der Technik mit Resonanzfrequenzen bis etwa 100 kHz allgemein bekannt ist, besteht. Gegenüber der schallabstrahlenden Wandlerfläche 3 befindet sich im Abstand von mehreren Schallwellenlängen des gasförmigen Mediums ein starrer Reflektor 4, der eben und spärlich gekrümmt sein kann. Zwischen dem Sender 1 und dem Reflektor 4 baut sich eine stehende Welle 5 mit "Druckbäuchen" und "Schnelleknoten" auf. Aufgrund der Resonanzüberhöhung innerhalb der stehenden Welle kann die mit guten Ultraschallkonzentrationen im Dauer- 809824/0369

betrieb mögliche Schnelleamplitude von mehr als 10 m/s an der abstrahlenden Wandlerfläche 3 auf ein Vielfaches verstärkt werden, so daß prinzipiell je nach Art und Druck des schallführenden Gases Schallpegel von über 190 dB möglich sind.

Im Gradientenfeld dieser hohen Druck- bzw. Schnellewerte der stehenden Welle werden Flüssigkeiten bzw. Schmelzen, die in Form eines dünnen Strahls, eines Films oder größerer Tropfen eingeleitet werden, zu sehr kleinen Tröpfchen vernebelt. Diese Tröpfchen erstarren aufgrund ihres kleinen Durchmessers sehr schnell, können aber auch durch radiales Einblasen eines Gasstrahls gegen eine gekühlte Metallfläche gespritzt werden, um noch höhere Abkühlungsgeschwindigkeiten zu erzielen. Außerdem wird ein integriertes akustisches Wellenfeld, das schwingungs-erregte Gas, die aus Trägheitsgründen nicht mitschwingenden Metalltröpfchen durch aerodynamische Effekte sehr schnell ab- kühlen (akustische Konvektion).

Die Vernebelung kann in beliebigen Gasen, z.B. auch in Schutzgasen erfolgen. Durch Erhöhen des statischen Gasdruckes lässt sich der Schallpegel proportional erhöhen, obwohl bei den z.Zt. erreichbaren Wandler-Schnelleamplituden auch Gasdrücke unter 1 at ausreichen.

Nach der in Figur 2 dargestellten Vorrichtung wird ein Metalldraht 6, kontinuierlich durch Förderrollen 7 in den Bereich des elektrischen Lichtbogens 8 transportiert und im Lichtbogen ab-

geschmolzen. Der Lichtbogen brennt zwischen dem Drahtende und der wassergekühlten Elektrode 9 im Leistungskreis eines Transformators oder Gleichrichters 10. Die stehende Ultraschallwelle 5 entsteht senkrecht zur Drahtachse zwischen Sender 1 und Reflektor 4. Der Sender/Reflektorabstand läßt sich durch Drehen der Mutter 11 variieren. Zur Einstellung optimaler Sprühverhältnisse erweist sich außerdem eine Verstellmöglichkeit 12 in Richtung der Lichtbogenachse, hier z.B. über eine Zahnstange, vorteilhaft. Die Verstellungsmöglichkeiten 11 und 12 werden gegebenenfalls über Fernbedienung betätigt.

Gemäß einer anderen Ausführungsart der erfindungsgemäßen Vorrichtung, die in Figur 3 schematisch dargestellt ist, wird die stehende Ultraschallwelle 5 in der gleichen Achse wie der elektrische Lichtbogen 8 angeordnet. Dabei wird der Sender 1 als wassergekühlte Elektrode des Lichtbogens ausgebildet. Der Reflektor 4 stellt eine in der Mitte gelochte Scheibe dar, durch die der abzuschmelzende Metalldraht 6, angetrieben von Förderrollen 7, kontinuierlich durchgeschoben wird. Zur Verbesserung der Zentrierung des Lichtbogens 8 kann in der Mitte des Senders 1 ein Wolframstift 13 eingelötet werden. Der elektrische Lichtbogen 8 wird auch hier mit Wechselstrom oder noch vorteilhafter, mit Gleichstrom mittels einer Stromquelle 10 betrieben. Der Sender/Reflektorabstand läßt sich durch das Element 11 verstetzen. Diese Anordnung hat den Vorteil, daß die abschmelzenden Metalltröpfchen auf ihrer durch die Schwerkraft und Lichtbogenkräfte bewirkte Flugbahn sich immer in der Achse der stehenden

Ultraschallwelle befinden und dabei leichter in den Bereich eines Schnelleknoten gelangen. Es erweist sich als besonders vorteilhaft, einen Schnelleknoten in den Bereich des Drahtendes zu legen, da dann eine Zerstäubung bereits vor dem Ablösen größerer Tropfen vom Drahtende erfolgt.

In Figur 4 wird eine besonders vorteilhafte Anordnung gezeigt, bei der auf eine wassergekühlte Gegenelektrode verzichtet werden kann. Dabei werden gleichzeitig zwei selbstverzehrende Drahtelektroden 6 abgeschmolzen, die in Serienschaltung im Lichtbogenstromkreis 10/6/8/6 angeordnet sind. Der Abstand der beiden Drahtelektroden soll an ihren Enden nicht wendiger als 2 und nicht mehr als 30 mm, vorzugsweise 6 bis 15 mm, betragen.

Ein gleichmäßiges Abschmelzen dieser Drahtelektroden 6 lässt sich durch Anwendung von Wechselstrom und einem Transformator 10 mit konstanter oder leicht fallender Charakteristik erzielen. Die Charakteristik des Transformators 10 sorgt dafür, daß die Länge des Lichtbogens 8 immer konstant bleibt. Bei diesem Doppeldrahtverfahren können die Drähte 6 auch auf der gleichen Achse, jedoch sich gegeneinander bewegend, oder in beliebigem Winkel zueinander, angeordnet werden. Wenn sie parallel zueinander angeordnet sind, ist es möglich, beide Drähte 6 mit gemeinsamen Förderrollen 7 anzutreiben. Die Sender/Reflektor-Strecke wird dabei vorteilhaft ähnlich wie in Figur 3 angeordnet, kann jedoch auch entsprechend Figur 2 angeordnet werden. Bei einer Anordnung ent-

sprechend Figur 3 besitzt der Reflektor zwei Bohrungen entsprechend dem gewählten Drahtabstand.

Wenn die Drahtelektroden 6 sich achsial gegeneinander bewegen, wird die Sender/Reflektor-Strecke etwa in der Mitte zwischen den beiden Drahtenden, senkrecht zu der Drahtachse, angeordnet.

809824 / 0369

Nummer: 26 56 330
Int. Cl. 2: B 22 D 23/08
Anmeldetag: 13. Dezember 1976
Offenlegungstag: 15. Juni 1978

- 19 -

2656330

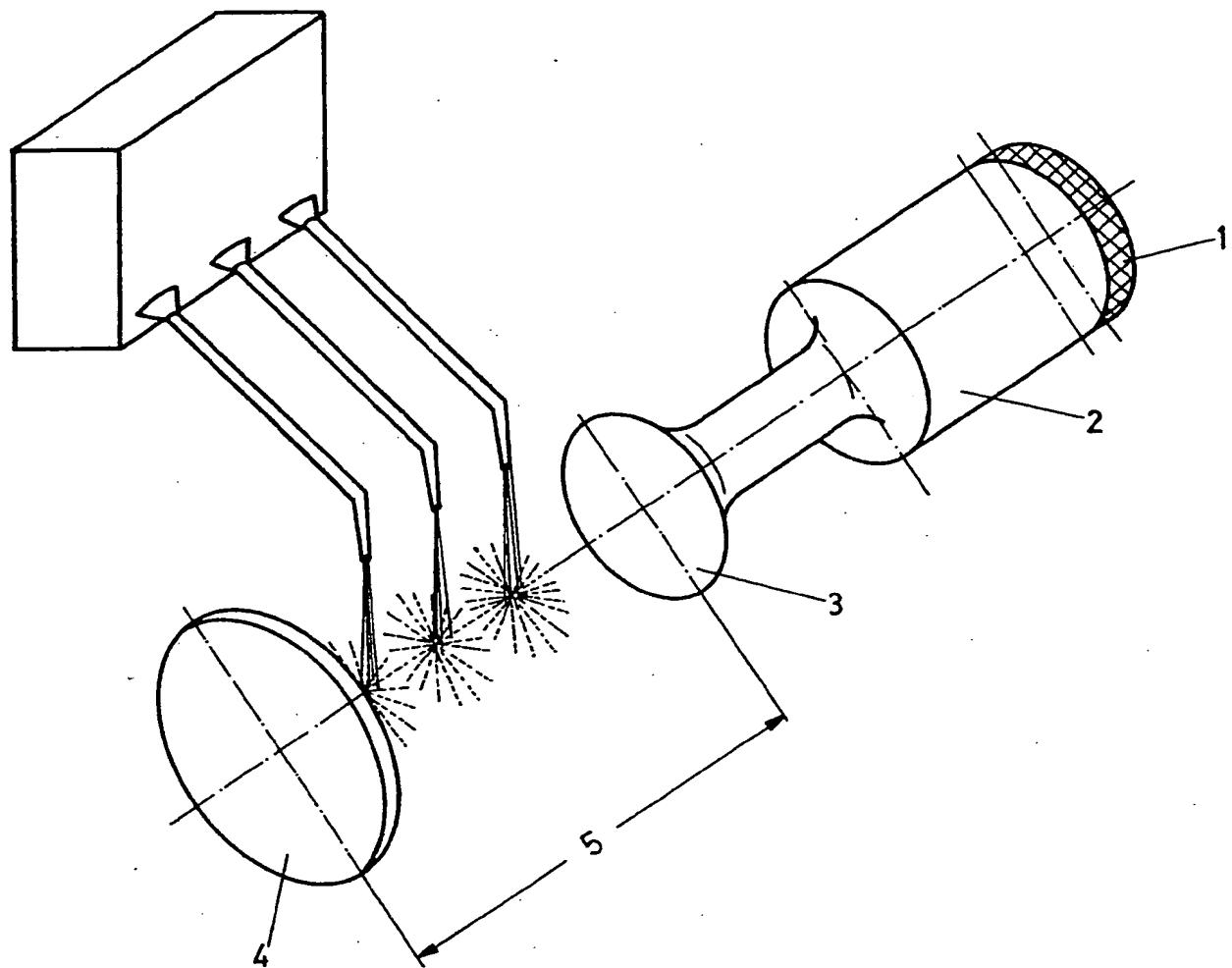


Fig. 1

809824 / 0369

- 16 -

2656330

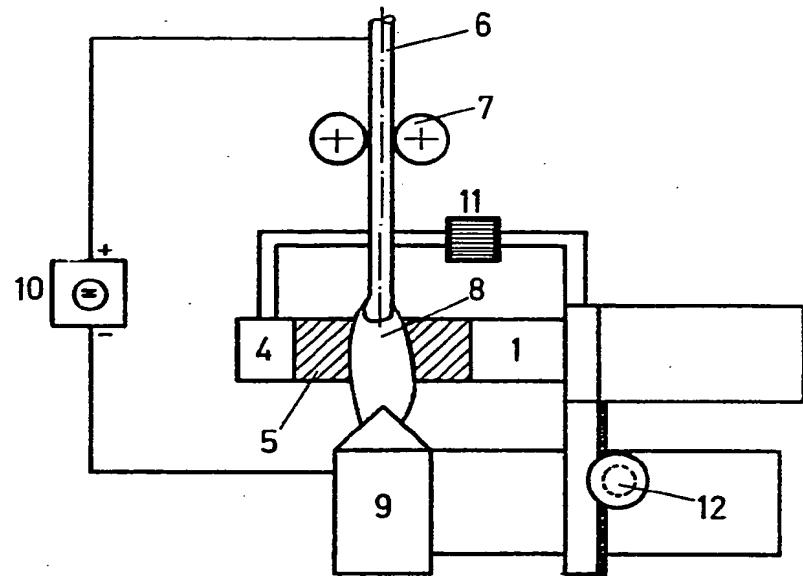


Fig.2

809824 / 0369

- 17 -

2656330

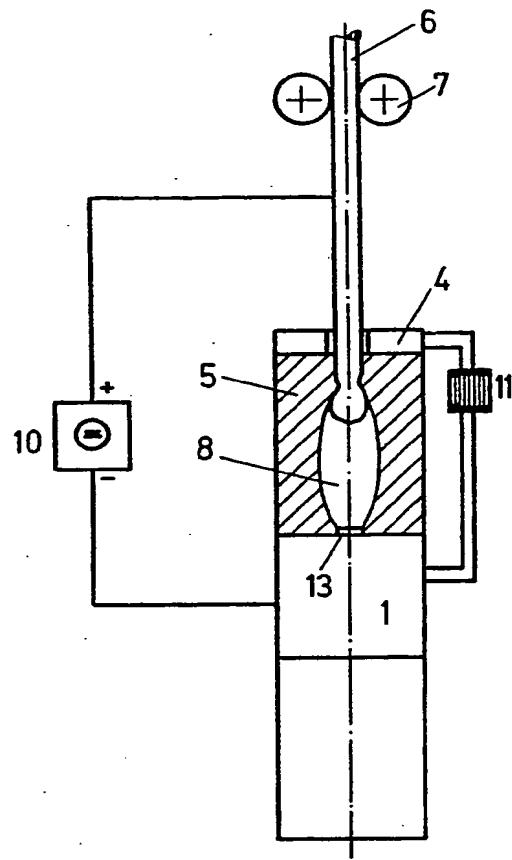


Fig:3

809824 / 0369

- 18 -
2656330

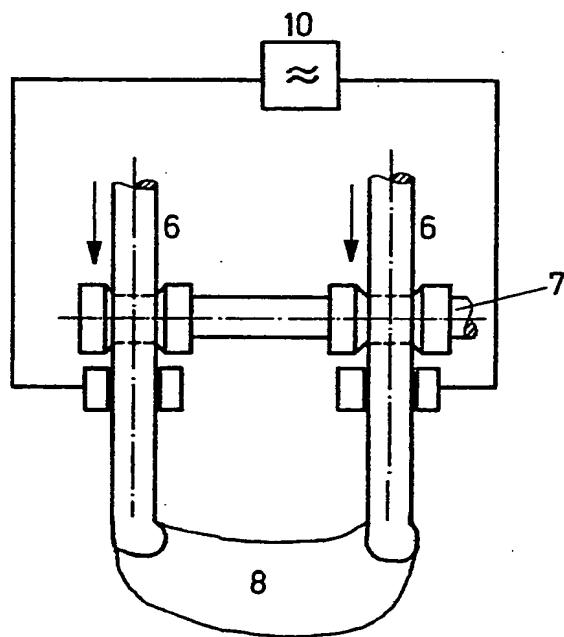


Fig.4

809824 / 0369

**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning
Operations and is not part of the Official Record**

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- BLACK BORDERS**
- IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES**
- FADED TEXT OR DRAWING**
- BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING**
- SKEWED/SLANTED IMAGES**
- COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS**
- GRAY SCALE DOCUMENTS**
- LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT**
- REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY**
- OTHER:** _____

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.